

PRODCUTION OF ALPHA-OLEFIN OLIGOMER

Publication number: JP7118174

Publication date: 1995-05-09

Inventor: KAWASHIMA RIICHIRO; NAKAMURA HIROFUMI;
IWADE SHINJI

Applicant: MITSUBISHI CHEM CORP

Classification:

- international: **B01J31/14; C07B61/00; C07C2/30; C07C11/02;
C08F4/69; C08F4/78; C08F10/00; C07B61/00;
B01J31/12; C07B61/00; C07C2/00; C07C11/00;
C08F4/00; C08F10/00; C07B61/00; (IPC1-7):
C07B61/00; C07C11/02; B01J31/14; C07C2/30;
C08F4/78; C08F10/00**

- European:

Application number: JP19930290055 19931026

Priority number(s): JP19930290055 19931026

[Report a data error here](#)

Abstract of JP7118174

PURPOSE:To provide a new process for the production of an alpha-olefin oligomer capable of producing an arbitrary alpha-olefin oligomer having a carbon number of ≥ 7 from ethylene in high yield.
CONSTITUTION:An alpha-olefin oligomer is produced by using a chromium-based catalyst. Ethylene and an alpha-olefin having a carbon number of (n) ((n) is integer of ≥ 3) are oligomerized in the presence of a chromium-based catalyst consisting of a combination of at least a chromium compound, an amine or a metal amide and an alkylaluminum compound to obtain an alpha-olefin oligomer having a carbon number of $n+4$.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-118174

(43) 公開日 平成7年(1995)5月9日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C 11/02		9280-4H		
B 0 1 J 31/14	X	8017-4G		
C 0 7 C 2/30				
C 0 8 F 4/78	M F G			
10/00				
審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 6 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号	特願平5-290055	(71) 出願人	000005968 三菱化学株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目5番2号
(22) 出願日	平成5年(1993)10月26日	(72) 発明者	川島 理一郎 岡山県倉敷市瀬道三丁目10番地 三菱化成株式会社水島工場内
		(72) 発明者	中村 宏文 岡山県倉敷市瀬道三丁目10番地 三菱化成株式会社水島工場内
		(72) 発明者	岩出 慎二 岡山県倉敷市瀬道三丁目10番地 三菱化成株式会社水島工場内
		(74) 代理人	弁理士 岡田 数彦

(54) 【発明の名称】 α -オレフィン低重合体の製造方法

(57) 【要約】

【目的】エチレンを原料とし、炭素数が7以上の任意の α -オレフィン低重合体を高収率で製造し得る新規な α -オレフィン低重合体の製造方法を提供する。

【構成】クロム系触媒を使用した α -オレフィン低重合体の製造方法において、クロム系触媒として、少なくとも、クロム化合物とアミン又は金属アミドとアルキルアルミニウム化合物の組み合わせから成る触媒系を使用し、エチレンと炭素数が n (3以上の整数) の α -オレフィンの1種とを低重合させることにより、 $n+4$ の炭素数を有する α -オレフィン低重合体を製造する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 クロム系触媒を使用した α -オレフィン低重合体の製造方法において、クロム系触媒として、少なくとも、クロム化合物とアミン又は金属アミドとアルキルアルミニウム化合物の組み合わせから成る触媒系を使用し、エチレンと炭素数が n （3以上の整数）の α -オレフィンの1種とを低重合させることを特徴とする $n+4$ の炭素数を有する α -オレフィン低重合体の製造方法。

【請求項2】 クロム化合物とアルキルアルミニウム化合物とが予め接触しない態様で α -オレフィンとクロム系触媒とを接触させる請求項1に記載の α -オレフィン低重合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、 α -オレフィン低重合体の製造方法に関するものであり、詳しくは、エチレンを原料とし、炭素数が7以上の任意の α -オレフィン低重合体を高収率で製造する α -オレフィン低重合体の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来から、エチレン等の α -オレフィンの低重合方法として、特定のクロム化合物と特定の有機アルミニウム化合物の組み合わせから成るクロム系触媒を使用する方法が知られている。例えば、特公昭43-18707号公報には、一般式 MX_n で表され、クロムを含むVIA族の遷移金属化合物（M）とポリヒドロカルビルアルミニウムオキシド（X）から成る触媒系により、エチレンから1-ヘキセンを得る方法が記載されている。

【0003】 また、特開平3-128904号公報には、クロム-ピロリル結合を有するクロム含有化合物と金属アルキル又はルイス酸とを予め反応させて得られた触媒を使用して α -オレフィンを三量化する方法が記載されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記の各方法では、エチレンを原料とし、炭素数が7以上の任意の α -オレフィン低重合体、例えば、1-ヘプテン、1-オクテン等を高収率で製造することは困難である。

【0005】 本発明は、上記実情に鑑みされたものであり、その目的は、エチレンを原料とし、炭素数が7以上の任意の α -オレフィン低重合体を高収率で製造し得る新規な α -オレフィン低重合体の製造方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者等は、上記の目的を達成すべく鋭意検討を重ねた結果、特定のクロム系触媒を使用することにより、上記の目的を容易に達成し得るとの知見を得た。本発明は、上記の知見を基に完成

されたものであり、その要旨は、クロム系触媒を使用した α -オレフィン低重合体の製造方法において、クロム系触媒として、少なくとも、クロム化合物とアミン又は金属アミドとアルキルアルミニウム化合物の組み合わせから成る触媒系を使用し、エチレンと炭素数が n （3以上の整数）の α -オレフィンの1種とを低重合させることを特徴とする $n+4$ の炭素数を有する α -オレフィン低重合体の製造方法に存する。

【0007】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明においては、クロム系触媒として、少なくとも、クロム化合物とアミン又は金属アミドとアルキルアルミニウム化合物の組み合わせから成る触媒系を使用する。そして、本発明の好ましい態様においては、後述の様に、クロム化合物とアルキルアルミニウム化合物とが予め接触しない態様で α -オレフィンとクロム系触媒とを接触させる。

【0008】 本発明で使用するクロム化合物は、一般式 CrX_n で表される。但し、一般式中、Xは、任意の有機基または無機の基もしくは陰性原子、 n は1〜6の整数を表し、そして、 n が2以上の場合、Xは同一または相互に異なってもよい。クロムの価数は0個ないし6個であり、上記の式中の n としては2以上が好ましい。

【0009】 有機基としては、炭素数が通常1〜30の各種の基が挙げられる。具体的には、炭化水素基、カルボニル基、アルコキシ基、カルボキシル基、 β -ジケトナート基、 β -ケトカルボキシル基、 β -ケトエステル基およびアミド基などが例示される。炭化水素基としては、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アルキルアリール基、アラール基などが挙げられる。無機の基としては、硝酸基、硫酸基などのクロム錯形成基が挙げられ、陰性原子としては、酸素、ハロゲン等が挙げられる。

【0010】 好ましいクロム化合物は、クロムのアルコキシ塩、カルボキシル塩、 β -ジケトナート塩、 β -ケトエステルのアニオンとの塩、または、クロムハロゲン化合物であり、具体的には、クロム(IV)tert-ブトキシド、クロム(III)アセチルアセトナート、クロム(III)トリフルオロアセチルアセトナート、クロム(III)ヘキサフルオロアセチルアセトナート、クロム(III)(2, 2, 6, 6-テトラメチル-3, 5-ヘプタジジオナート)、 $Cr(PhCOCHCOPh)_3$ （但し、ここでPhはフェニル基を示す。）、クロム(II)アセテート、クロム(III)アセテート、クロム(III)2-エチルヘキサノエート、クロム(III)ベンゾエート、クロム(III)ナフテネート、 $Cr(CH_3COCHCOOCH_3)_3$ 、塩化第一クロム、塩化第二クロム、臭化第一クロム、臭化第二クロム、ヨウ化第一クロム、ヨウ化第二クロム、フッ化第一クロム、フッ化第二クロム等が挙げられる。

【0011】 また、上記のクロム化合物と電子供与体か

ら成る錯体も好適に使用することが出来る。電子供与体としては、窒素、酸素、リン又は硫黄を含有する化合物の中から選択される。

【0012】窒素含有化合物としては、ニトリル、アミン、アミド等が挙げられ、具体的には、アセトニトリル、ピリジン、ジメチルピリジン、ジメチルホルムアミド、N-メチルホルムアミド、アニリン、ニトロベンゼン、テトラメチルエチレンジアミン、ジエチルアミン、イソプロピルアミン、ヘキサメチルジシラザン、ピロリジン等が挙げられる。

【0013】酸素含有化合物としては、エステル、エーテル、ケトン、アルコール、アルデヒド等が挙げられ、具体的には、エチルアセテート、メチルアセテート、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジエチルエーテル、ジメトキシエタン、ジグリム、トリグリム、アセトン、メチルエチルケトン、メタノール、エタノール、アセトアルデヒド等が挙げられる。

【0014】リン含有化合物としては、ヘキサメチルフォスフォルアミド、ヘキサメチルフォスフォラストリアミド、トリエチルフォスファイト、トリブチルフォスフィンオキシド、トリエチルフォスフィン等が例示される。一方、硫黄含有化合物としては、二硫化炭素、ジメチルスルフォキシド、テトラメチレンスルフォン、チオフェン、ジメチルスルフィド等が例示される。

【0015】従って、クロム化合物と電子供与体から成る錯体例としては、ハロゲン化クロムのエーテル錯体、エステル錯体、ケトン錯体、アルデヒド錯体、アルコール錯体、アミン錯体、ニトリル錯体、ホスフィン錯体、チオエーテル錯体などが挙げられる。具体的には、 $\text{CrCl}_3 \cdot 3\text{THF}$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 3\text{dioxane}$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot (\text{CH}_3\text{CO}_2\text{n-C}_4\text{H}_9)$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot (\text{CH}_3\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5)$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 3(1-\text{C}_3\text{H}_7\text{OH})$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 3[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{CH}_2\text{OH}]$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 3\text{pyridine}$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 2(1-\text{C}_2\text{H}_5\text{NH}_2)$ 、 $[\text{CrCl}_3 \cdot 3\text{CH}_3\text{CN}] \cdot \text{CH}_3\text{CN}$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 3\text{PPPh}_3$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 2\text{THF}$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 2\text{pyridine}$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 2[(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NH}]$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 2\text{CH}_3\text{CN}$ 、 $\text{CrCl}_3 \cdot 2[\text{P}(\text{CH}_3)_3]$ 等が挙げられる。

【0016】クロム化合物としては、炭化水素溶液中可溶性化合物が好ましく、クロムのβ-ジケトナート塩、カルボン酸塩、β-ケトエステルのアニオンと塩、β-ケトカルボン酸塩、アミド錯体、カルボニル錯体、カルベン錯体、各種シクロペンタジエン錯体、アルキル錯体、フェニル錯体などが挙げられる。クロムの各種カルボニル錯体、カルベン錯体、シクロペンタジエン錯体、アルキル錯体、フェニル錯体としては、具体的には、 $\text{Cr}(\text{CO})_6$ 、 $(\text{C}_6\text{H}_5)_3\text{Cr}(\text{CO})_3$ 、 $(\text{CO})_5\text{Cr}(\text{C}(\text{CH}_3)_3(\text{OCH}_3))$ 、 (CO)

$\text{Cr}(\text{C}(\text{CH}_3)_3(\text{OCH}_3))$ 、 CpCrCl_2 （ここでCpはシクロペンタジエンル基を示す）、 $(\text{Cp}^*\text{CrCl}_2\text{CH}_3)$ （ここでCp*はペンタメチルシクロペンタジエンル基を示す）、 $(\text{CH}_3)_2\text{CrCl}$ 等が例示される。

【0017】クロム化合物は、無機鹽化物などの担体に担持して使用することも出来るが、担体に担持させずに、他の触媒成分と組み合わせ使用するのが好ましい。すなわち、本発明の好ましい態様に従い、後述する特定の接触態様でクロム系触媒を使用するならば、クロム化合物の担体への担持を行わなくとも高い触媒活性が得られる。そして、クロム化合物を担体に担持させずに使用する場合は、複雑な操作を伴う担体への担持を省略でき、しかも、担体の使用による総触媒使用量（担体と触媒成分の合計量）の増大と言う問題をも回避することが出来る。

【0018】本発明で使用するアミンは、1級または2級のアミンである。1級アミンとしては、アンモニア、エチルアミン、イソプロピルアミン、シクロヘキシルアミン、ベンジルアミン、アニリン、ナチルアミン等が例示され、2級アミンとしては、ジエチルアミン、ジイソプロピルアミン、ジシクロヘキシルアミン、ジベンジルアミン、ビス(トリメチルシリル)アミン、モルホリン、イミダゾール、インドリン、インドール、ピロール、2, 5-ジメチルピロール、3, 4-ジメチルピロール、3, 4-ジクロロピロール、2, 3, 4, 5-テトラクロロピロール、2-アシルピロール、ピラゾール、ピロリジン等が例示される。

【0019】本発明で使用する金属アミドは、1級または2級のアミンから誘導される金属アミドであり、具体的には、1級または2級のアミンとIA族、IIA族、IIIB族およびIVB族から選択される金属との反応により得られるアミドである。斯かる金属アミドとしては、具体的には、リチウムアミド、ナトリウムエチルアミド、カルシウムジエチルアミド、リチウムジイソプロピルアミド、カリウムベンジルアミド、ナトリウムビス(トリメチルシリル)アミド、リチウムインドリド、ナトリウムピロリド、リチウムピロリド、カリウムピロリド、カリウムピロリジド、アルミニウムジエチルピロリド、エチルアルミニウムジピロリド、アルミニウムトリピロリド等が挙げられる。

【0020】本発明においては、2級のアミン、2級のアミンから誘導される金属アミド又はこれらの混合物が好適に使用される。特に、2級のアミンとしては、ピロール、2, 5-ジメチルピロール、3, 4-ジメチルピロール、3, 4-ジクロロピロール、2, 3, 4, 5-テトラクロロピロール、2-アシルピロール、2級のアミンから誘導される金属アミドとしては、アルミニウムピロリド、エチルアルミニウムジピロリド、アルミニウムトリピロリド、ナトリウムピロリド、リチ

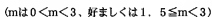
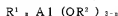
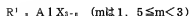
ウムピロライド、カリウムピロライドが好適である。そして、ピロル誘導体の中、ピロル環に炭化水素基を有する誘導体が特に好ましい。

【0021】本発明において、アルキルアルミニウム化*



【0022】式中、 R^1 及び R^2 は、炭素数が通常1~15、好ましくは1~8の炭化水素基であって互いに同一であっても異なってもよく、Xはハロゲン原子を表し、 m は $0 < m \leq 3$ 、 n は $0 \leq n < 3$ 、 p は $0 \leq p < 3$ 、 q は $0 \leq q < 3$ のそれぞれの数であって、しかも、 $m+n+p+q=3$ である数を表す。

【0023】上記のアルキルアルミニウム化合物として、例えば、下記一般式(2)で示されるトリアルキル※



【0025】上記のアルキルアルミニウム化合物の具体例としては、トリメチルアルミニウム、トリエチルアルミニウム、トリイソブチルアルミニウム、ジエチルアルミニウムモノクロリド、ジエチルアルミニウムエトキシド、ジエチルアルミニウムヒドライド等が挙げられる。これらの中、ポリマーの副生が少いと言う点でトリアルキルアルミニウムが特に好ましい。

【0026】本発明においては、上記の各触媒成分から成る触媒系を使用してエチレンと炭素数が n (3以上の整数)の α -オレフィンの1種とを低重合させる。そして、炭素数が n の α -オレフィンとして任意 α -オレフィンを使用することにより、炭素数が7以上の任意の α -オレフィン低重合体を高収率で製造することが出来る。

【0027】反応は、一般的な反応溶媒中で行うことも出来るが、斯かる反応溶媒を使用せずに、エチレンや炭素数が n の α -オレフィンの1種を反応溶媒に利用することも出来る。一般的な反応溶媒としては、ブタン、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、デカリン等の直鎖状または脂環式の飽和炭化水素などが挙げられる。

【0028】クロム化合物の使用量は、溶媒1リットル当たり、通常 $0.1 \times 10^{-3} \sim 5$ g、好ましくは $1.0 \times 10^{-3} \sim 2$ gの範囲とされる。一方、アルキルアルミニウム化合物の使用量は、クロム化合物1g当たり、通常 0.1 mmol 以上であるが、触媒活性および三量体の選択性の観点から、 5 mmol 以上とするのがよい。そして、上限は、通常 50 mol である。また、アミン又は金属アミドの使用量は、クロム化合物1g当たり、通常 0.001 当量以上であり、好ましくは $0.005 \sim 1000$ 当量、更に好ましくは $0.01 \sim 100$ 当量

*化合物としては、下記一般式(1)で示されるアルキルアルミニウム化合物が好適に使用される。

【化1】



※アルミニウム化合物、一般式(3)で示されるハロゲン化アルキルアルミニウム化合物、一般式(4)で示されるアルコキシアルミニウム化合物、一般式(5)で示されるアルキルアルミニウム化合物などが挙げられる。なお、各式中の R^1 、 X および R^2 の意義は前記と同じである。

【0024】

【化2】



20 の範囲とされる。

【0029】本発明においては、クロム化合物とアルキルアルミニウム化合物とが予め接触しない態様で α -オレフィン(エチレン及び炭素数が n の α -オレフィン)とクロム系触媒とを接触させることが好ましい。斯かる接触態様によれば、エチレンと炭素数が n の α -オレフィン1molとの反応を選択的に行わせ、炭素数が7以上の任意の α -オレフィン低重合体を高収率で製造することが出来る。

【0030】上記の特定の接触態様は、具体的には、「アミン又は金属アミド」についてアミンを以て表した場合、(1)アミン及びアルキルアルミニウム化合物を含む溶液中に α -オレフィン及びクロム化合物を導入する方法、(2)クロム化合物およびアミンを含む溶液の中に α -オレフィン及びアルキルアルミニウム化合物を導入する方法、(3)クロム化合物を含む溶液の中に α -オレフィン、アミン及びアルキルアルミニウム化合物を導入する方法、(4)アルキルアルミニウム化合物を含む溶液の中に α -オレフィン、クロム化合物およびアミンを導入する方法、(5)クロム化合物、アミン、アルキルアルミニウム化合物および α -オレフィンをそれぞれ同時にかつ独立に反応器に導入する方法などによって行うことが出来る。そして、上記の各溶液は、反応溶媒を使用して調製される。

【0031】なお、上記において、「クロム化合物とアルキルアルミニウム化合物とが予め接触しない態様」とは、反応の開始時のみならず、その後の追加的な α -オレフィン及び触媒成分の反応器への供給においても斯かる態様が維持されることを意味する。また、エチレンや炭素数が n の α -オレフィンの1種を反応溶媒に利用する場合、その何れか一方を反応器に予め導入しておくの

は自由である。

【0032】クロム化合物とアルキルアルミニウム化合物とが予め接触する態様でクロム系触媒を使用した場合には、 α -オレフィンの低重合反応の活性が低くなる理由は、未だ詳らかではないが、次の様に推定される。

【0033】すなわち、クロム化合物とアルキルアルミニウムを接触させた場合、クロム化合物に配位している配位子とアルキルアルミニウム化合物中のアルキル基との間で配位子交換反応が進行すると考えられる。そして、所かる反応によって生成するアルキルクロム化合物は、通常の方法で生成するアルキルクロム化合物と異なり、それ自身不安定である。そのため、アルキルクロム化合物の分解還元反応が優先して進行し、その結果、 α -オレフィンの低重合反応に不適当な脱メタル化が惹起され、 α -オレフィンの低重合反応の活性が低下する。

【0034】本発明において、炭素数が n の α -オレフィンとしては、炭素数が3~30の直鎖または非直鎖の α -オレフィンが使用される。具体的には、プロピレン、1-ブテン、1-ヘキセン、1-オクテン、3-メチル-1-ブテン、4-メチル-1-ペンテン等が挙げられる。本発明においては、エチレン2モルと炭素数が n の α -オレフィン1モルとの反応（三置化反応）が選択的に行われるため、炭素数が n の α -オレフィンのエチレンに対する使用割合は特に制限されない。実際的には、エチレン1モルに対し、炭素数が n の α -オレフィンが0.01~1000モルの割合とされ、所望の組成分布を有する生成物が得られる様に適宜選択される。

【0035】反応温度としては、0~70℃の範囲が好ましい。一方、反応圧力は、常圧ないし250 kg/cm²の範囲から選択し得るが、通常は、100 kg/cm²の圧力で十分である。そして、滞留時間は、通常1分から20時間、好ましくは0.5~6時間の範囲とされる。また、反応形式は、回分式、半回分式または連続式の何れであってもよく、反応時に水素を共存させるならば、触媒活性および三量体の選択率の向上が認められるので好ましい。

【0036】反応液中の副生ポリマーの分離除去は、公知の固液分離装置を適宜使用して行われ、回収された α -オレフィン低重合体は、必要に応じて精製される。精製には、通常、蒸留精製が採用され、目的とする成分を高純度で回収することが出来る。本発明の製造方法によって得られる α -オレフィン低重合体は、大部分が α -オレフィンであり、従って、例えば、ポリマーの原料モノマーとして使用する他、硫化水素を付加させた後に酸

化することにより、界面活性剤原料として有用なスルホン酸類に変換することが出来る。

【0037】

【実施例】以下、本発明を実施例および比較例により更に詳細に説明するが、本発明は、その要旨を越えない限り以下の実施例に限定されるものではない。

【0038】実施例1

150℃の乾燥器で加熱乾燥した2.4リットルのオートクレーブを熱時に組み立てた後、真空窒素置換した。このオートクレーブには破裂板を備えた触媒フィード管を備えた攪拌機を取り付けておいた。1-ヘキセン(980 ml)、ピロール(1.244 mmol)の n -ヘプタン溶液、トリエチルアルミニウム(8.000 mmol)の n -ヘプタン溶液をオートクレーブの側面に仕込み、一方、触媒フィード管に n -ヘプタンにて溶解化したクロム(III)-2-エチルヘキサノエート(200 mg、0.420 mmol)を仕込んだ。1-ヘキセン及び n -ヘプタンの全体量は1リットルであった。

【0039】先ず、オートクレーブを60℃に加熱し、次いで、60℃でエチレンを触媒フィード管より導入した。エチレン圧により破裂板が破裂し、クロム化合物がオートクレーブ胴体内部に導入されてエチレンの低重合が開始された。全圧が35 K/g/cm²となる迄エチレンを導入し、その後、全圧を35 K/g/cm²に、温度を60℃に維持した。1時間後、オートクレーブ中にエタノールを圧入して反応を停止した。

【0040】オートクレーブの圧力を解除して脱ガスをを行った後、濾過機によって反応液中の副生ポリマー(主としてポリエチレン)を分離除去して α -オレフィン低重合体を取り出した。ガスクロマトグラフによる α -オレフィン低重合体の組成分析の結果などを表1に示した。

【0041】実施例2

実施例1において、1-ヘキセン980 mlの代わりに、1-オクテン980 mlを使用した以外は、実施例1と同様の操作を行った。得られた結果を表1に示した。

【0042】表中、 α -オレフィン種類の「HEX」は1-ヘキセン、「OCTE」は1-オクテンを表し、その量は、溶媒と合わせた全量を意味する。触媒効率の単位は、g- α -オレフィン/g-クロム化合物、触媒活性の単位は、g- α -オレフィン/g-クロム・Hrである。

【0043】

【表1】

	実 施 例	
	1	2
α -オレフィン種類 (量:L)	HEX(1)	OCTE(1)
反応温度 (℃)	60	60

9	(6)	
エチレン圧 (kg/cm ²)	35	35
反応時間 (hr)	1.0	1.0
<生成物量 (g) >	75.2	111.4
<組成分布 (wt%) >		
C ₁₀	29.2	4.3
C ₁₂	0.8	22.7
C ₄	18.4	13.7
C ₆	43.2	46.9
C ₈	5.3	9.2
C ₁₄₋₂₆	2.7	2.6
C ₂₂₋₅₆	0	0.1
Wax	0	0
<PE>	0.4	0.6
<触媒効率>	376	557
<触媒活性>	3613	5355

【0044】

【発明の効果】以上説明した本発明によれば、エチレンを原料とし、炭素数が7以上の任意の α -オレフィン低

重合体を高収率で製造し得る新規な α -オレフィン低重合体の製造方法が提供される。よって、本発明の工業的価値は顕著である。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁶

// C07B 61/00

識別記号

300

庁内整理番号

FI

技術表示箇所